

## INSTALLATION ET PROCEDE DE PURIFICATION D'UN LIQUIDE CRYOGENIQUE

La présente invention concerne une installation de purification d'un liquide cryogénique, du type comprenant :

- une conduite de circulation du liquide, comportant une portion amont et une portion aval.
- un organe de filtration, interposé entre la portion amont et la portion aval et dans lequel est ménagé au moins un canal s'étendant le long d'un axe de circulation entre une extrémité ouverte et une extrémité obturée ; ledit canal étant délimité, au moins partiellement, par une paroi poreuse (de porosité préférentiellement inférieure ou égale à  $0,2 \mu\text{m}$ ).

Ce procédé s'applique à la production notamment d'azote liquide ou encore de dioxyde de carbone stérile à haut débit (supérieur à 1 t/h), notamment pour les industries agroalimentaire ou électronique, ou dans le domaine médical..

Pour stériliser un liquide cryogénique, il est connu de le passer à travers un filtre poreux de porosité sensiblement égale à  $0,2 \mu\text{m}$ , afin de retenir dans le filtre les bactéries, les particules ou d'autres substances ou organismes potentiellement dangereux.. Le filtre doit être maintenu à une température voisine de la température du liquide, afin d'éviter la formation de bulles ou de micro-bulles de diamètre supérieur ou égal à  $0,2 \mu\text{m}$ , et susceptibles de boucher le filtre.

Dans une installation du type précité (US-A-4 759 848), le filtre est ainsi plongé dans un réservoir de liquide cryogénique sous-refroidi.

De telles installations ne donnent pas entière satisfaction. En effet, les portions amont et aval de la conduite doivent être insérées dans le réservoir, de manière étanche, et le réservoir doit être alimenté régulièrement en liquide cryogénique sous-refroidi.

Une telle installation est donc difficilement utilisable pour la production d'un liquide cryogénique stérile à l'échelle industrielle, avec un débit supérieur à 1 t/h.

L'invention a pour but principal de remédier à cet inconvénient, c'est-à-dire de créer une installation de purification d'un liquide cryogénique, simple et facilement utilisable à l'échelle industrielle.

A cet effet, l'invention a pour objet une installation du type précité, conforme à la revendication 1 ci-après.

L'installation suivant l'invention peut comporter une ou plusieurs des caractéristiques suivantes, prise(s) isolément ou selon toutes les combinaisons techniquement possibles :

- lesdits premiers moyens d'étanchéité sont maintenus en compression par l'organe de filtration et ladite première portion à la température du liquide cryogénique destiné à être purifié.
- la partie de la première portion adjacente à ladite extrémité ouverte s'étend suivant l'axe de circulation (Y-Y').
- ladite première portion est constituée par ladite portion amont l'angle formé par l'axe général (X-X') de cette portion amont et l'axe de circulation (Y-Y') étant compris entre environ 10° et environ 30°.
- ledit angle est sensiblement égal à 15°.
- l'axe de circulation (Y-Y') est sensiblement vertical et ladite portion aval débouche en regard d'une zone de la paroi poreuse voisine de l'extrémité obturée dudit organe de filtration, qui est l'extrémité supérieure de cet organe.
- un organe de pré-filtration de porosité supérieure ou égale à 100  $\mu\text{m}$  est disposé dans la portion amont de la conduite.
- ladite paroi poreuse possède une porosité inférieure ou égale à 0,20  $\mu\text{m}$ .

L'invention a en outre pour objet un procédé de purification d'un liquide cryogénique, caractérisé en ce qu'il est mis en oeuvre dans une installation telle que décrite ci-dessus.

Des exemples de mise en oeuvre de l'invention vont maintenant être décrits, en regard des dessins annexés, sur lesquels :

- la Figure 1 est une vue d'une première installation selon l'invention ;
- la Figure 2 est une vue en coupe suivant un plan vertical médian d'un détail de la Figure 1 ; et
- la Figure 3 est une vue en coupe suivant un plan vertical médian d'un détail d'une seconde installation selon l'invention.

L'installation représentée sur les Figures 1 et 2 est destinée à la production d'un liquide cryogénique stérile, avec un débit supérieur à 1 t/h. Le liquide cryogénique, qui peut être par exemple de l'azote, de l'argon ou du

dioxyde de carbone, est destiné, après purification, à être utilisé notamment dans l'agroalimentaire, l'électronique ou le domaine de la santé.

Comme illustré sur la Figure 1, l'installation 11 comporte une conduite 13 munie d'une double enveloppe 14 d'isolation thermique, et un ensemble de filtration 15.

Dans tout ce qui suit, les termes « amont » et « aval » s'entendent par rapport au sens de circulation du liquide cryogénique dans l'installation 11 (de la gauche vers la droite sur la Figure 1, comme indiqué par les flèches F).

La conduite 13 s'étend le long d'un axe longitudinal X-X' entre une entrée amont 17, destinée à être reliée à une source S de liquide cryogénique contaminé, et une sortie aval 19, destinée à être reliée à un dispositif D d'utilisation du liquide cryogénique purifié. Elle comprend une portion amont 21 et une portion aval 23.

La portion amont 21 de la conduite 13 s'étend entre l'entrée amont 17 et l'élément de filtration 15. Elle comprend un piquage amont 25, et un organe 27 de pré-filtration.

Le piquage amont 25 comprend un conduit 29 transversal muni d'une vanne 31. Le piquage 25 est destiné à être relié à une source de vapeur ou à une source de gaz sec.

L'organe de pré-filtration 27 est disposé à l'intérieur de la portion amont 21. Il comprend un corps poreux de porosité par exemple supérieure à 100µm, qui retient les impuretés de taille élevée qui peuvent être présentes dans la source de liquide cryogénique à purifier. Cet organe 27 évite que ces impuretés viennent détériorer et obstruer l'élément de filtration ultérieur 15.

La portion aval 23 s'étend entre l'élément de filtration 15 et la sortie 19. Elle comprend un piquage aval 33 de structure analogue au piquage amont 25 et destiné à être relié à un événement.

Comme illustré sur la Figure 2, l'élément de filtration 15 comprend un embranchement latéral 35 de la conduite 13, dans lequel est disposé un organe de filtration 37, un organe d'isolation thermique 39 et des moyens d'étanchéité de ces organes.

L'embranchement 35 s'étend entre, d'une part, une extrémité de sortie 45 de la portion amont 21 et, d'autre part, une extrémité d'entrée 47 de la portion aval 23 et un rebord 49 prévu à l'extrémité libre de l'embranchement 35.

L'embranchement 35 s'étend parallèlement à un axe de circulation Y-Y' ascendant, incliné par rapport à l'axe longitudinal X-X'. L'angle formé par l'axe de circulation Y-Y' et l'axe longitudinal X-X' est supérieur à 10°. Dans l'exemple représenté sur la Figure 2, cet angle est sensiblement égal à 15°.

L'organe de filtration 37 comprend un corps membranaire réalisé en céramique micro-poreuse.

Ce corps présente une forme allongée qui s'étend le long de l'axe de circulation Y-Y'. Il comporte un ensemble de canaux 51, parallèles à l'axe de circulation Y-Y'. Un seul canal 51 est représenté sur la Figure 2.

Ces canaux 51 débouchent à l'extrémité amont 53 de l'organe de filtration 37 et sont obturés à l'extrémité aval 55 de cet organe 37.

Les canaux 51 sont délimités par des parois latérales 57 de filtration, de porosité inférieure à 0,22  $\mu\text{m}$ . Dans l'exemple représenté sur la Figure 2, la porosité des parois 57 est sensiblement égale à 0,2  $\mu\text{m}$ .

L'extrémité amont 53 de l'organe de filtration 37 est disposée en regard de l'extrémité de sortie 45 de la portion amont 21, qui s'étend dans la partie 58 au voisinage de cette extrémité le long de l'axe de circulation Y-Y'.

Par ailleurs, une zone 59 de la paroi poreuse 57 est disposée en regard de l'extrémité d'entrée 47 de la portion aval 23. La portion aval 23 est coudée au niveau de cette extrémité 47, et l'angle formé par l'axe de circulation Y-Y' et l'axe Z-Z' de la portion aval, au voisinage de son extrémité d'entrée 47, est sensiblement égal à 90°.

Ainsi, le fluide à filtrer pénètre dans l'organe de filtration 37 par les canaux 51 et ressort de cet organe 37 à travers la paroi latérale 57 de filtration pour être recueilli dans la portion aval 23.

De préférence, l'angle formé entre l'axe longitudinal X-X' et l'axe de circulation Y-Y' est compris entre 10° et 30°, afin de limiter la perte de charge à travers l'organe de filtration 37, tout en permettant un accès facile à l'organe 37 depuis l'extérieur de la conduite pour des opérations de maintenance.

L'organe d'isolation 39 comprend un corps tubulaire creux de diamètre inférieur au diamètre interne de l'embranchement 35. Ce corps s'étend le long de l'axe de circulation Y-Y' entre une extrémité inférieure 65 en regard de l'organe de filtration 37 et une extrémité supérieure 67, munie d'une collerette 68 en appui

étanche sur le rebord 49 de l'embranchement 35, l'assemblage étant scellé par un collier 70.

La longueur de l'organe d'isolation 39 est choisie de sorte que la température au niveau de son extrémité supérieure 67, lorsque son extrémité inférieure 65 baigne dans du liquide cryogénique, est sensiblement égale à la température qui règne à l'extérieur de l'installation 11.

Les moyens d'étanchéité comprennent un support de filtre 71, une coupelle amont 73, une coupelle aval 75, une vis centrale 77 et trois joints annulaires 79A, 79B et 79C.

Le support de filtre 71 comporte une collerette annulaire interne, disposée dans la conduite 13 entre la portion amont 21 et l'embranchement 35.

La coupelle amont 73 repose sur le support de filtre 71 et reçoit l'extrémité amont 53 de l'organe de filtration 37. Cette coupelle amont 73 comprend dans son fond une pluralité de lumières 83 en regard des canaux 51. Une seule lumière est représentée sur la Figure 2.

La coupelle aval 75 reçoit l'extrémité aval 55 de l'organe de filtration 37 et est reçue dans un évidement 76 de l'extrémité inférieure 65 de l'organe d'isolation 39.

La vis centrale 77 comprend une tête 85 munie d'une goupille 86 transversale en appui sur la coupelle amont 73, et une portion filetée 87 vissée dans un trou taraudé de l'organe d'isolation 39. Elle comprend en outre une portion centrale 89 qui relie la tête 85 à la portion filetée 87. Cette portion centrale 89 est disposée dans un canal 51 de l'organe de filtration 37.

Les coupelles amont 73 et aval 75 sont maintenues en compression entre le support de filtre 71 et l'organe d'isolation 39.

A cet effet, le montage de l'organe de filtration 37 et de l'organe d'isolation 39 dans l'embranchement 35 s'effectue préférentiellement de la manière suivante.

Dans un premier temps, la vis 77 est vissée dans l'organe d'isolation 39. La coupelle aval 76, l'organe de filtration 37, et la coupelle amont 73 sont alors enfilés successivement sur la vis 77. La goupille 86 est ensuite mise en place dans la tête 85, afin de fixer les coupelles 73 et 76, ainsi que l'organe de filtration 37 par rapport à l'organe d'isolation 39.

Dans un deuxième temps, l'ensemble ainsi formé est monté sous contrainte axiale correspondant à une compression de 3 millimètres minimum dans l'embranchement 35, en appui sur le support de filtre 71, et serti à l'aide du collier 70.

La contrainte appliquée sur ces coupelles 73 et 75 à température ambiante est calculée de sorte que le relâchement de cette contrainte compense la contraction des coupelles 73 et 75, de l'organe de filtration 37 et de l'organe d'isolation 39 à la température du liquide cryogénique destiné à être purifié.

Ainsi, lorsque la température de ces organes 37 et 39 diminue et que ceux-ci se contractent au contact du fluide cryogénique dans l'embranchement 35 de la conduite 13, l'étanchéité entre d'une part, le support de filtre 71 et l'organe de filtration 37, et d'autre part l'organe de filtration 37 et l'organe d'isolation 39, est assurée, malgré le relâchement des contraintes au sein des coupelles amont et aval 73 et 75, car celles-ci sont maintenues en légère compression.

Par ailleurs, les joints d'étanchéité annulaires 79A et 79B sont disposés dans des gorges correspondantes prévues au voisinage de l'extrémité supérieure 67 de l'organe d'isolation 39 afin de réaliser l'étanchéité entre l'intérieur et l'extérieur de la conduite 13. Le joint 79C est comprimé par la collerette 68 dans une gorge circulaire du rebord 49.

La double enveloppe d'isolation 14 recouvre l'ensemble de la conduite 13 et de l'embranchement 35. Elle comprend une chemise extérieure 91 et une chemise intérieure 92.

La chemise extérieure 91 comprend par ailleurs un soufflet 95 annulaire de compensation, qui peut se contracter ou s'étendre longitudinalement le long de l'axe X-X', en fonction des variations de longueur de la conduite 13, sous l'effet des variations de température.

L'espace annulaire entre les chemises 91 et 92 définit ainsi une chambre 93 étanche sous vide.

Un matériau d'isolation laminaire est disposé dans la chambre 93 et y est maintenu sous vide. Un exemple de matériau d'isolation comprend une alternance de couches de tissu de verre ou de mylar, et de feuilles d'aluminium.

De préférence, la pression dans la chambre 93 est comprise entre  $5 \cdot 10^{-4}$  et  $10^{-6}$  mbars, préférentiellement inférieure à  $10^{-5}$  mbars.

On décrira maintenant un exemple de fonctionnement de l'installation 11 selon l'invention pour la production d'azote liquide stérile.

Dans un premier temps, le piquage amont 25 est relié à une source de vapeur et le piquage aval 33 est relié à un évent. On fait alors circuler de la vapeur pendant un temps prédéterminé, entre les piquages amont et aval 25 et 33, à travers successivement la portion amont 21, l'organe de pré-filtration 27, l'organe de filtration 37 et la portion aval 23, afin de stériliser l'installation 11 (ceci par exemple pour mettre en œuvre la recommandation de la Pharmacopée de 121°C pendant 90 minutes).

Dans un deuxième temps, on relie le piquage amont 25 à une source de gaz sec sous pression. On fait alors circuler du gaz sec sous pression pour effectuer un séchage complet de l'installation 11 (par exemple 105°C pendant 90 minutes).

Dans un troisième temps, on relie l'entrée 17 de la conduite 13 à la source d'azote liquide contaminé sous pression. On augmente progressivement le débit d'azote introduit dans la conduite 13, afin de remplir l'organe de pré-filtration 27, puis l'organe de filtration 37, qui atteignent une température proche de la température du liquide cryogénique. Lors de cette descente en température, les éléments de l'installation au contact du liquide cryogénique se contractent. La contraction de la conduite 13 est compensée par le soufflet 95.

Le liquide cryogénique passe à travers l'organe de pré-filtration 27 pour filtrer les impuretés de taille élevée, puis atteint l'organe de filtration 37.

La contraction de l'organe de filtration 37 au contact du liquide cryogénique est compensée par le relâchement des contraintes au sein des coupelles amont et aval 73 et 75, qui sont maintenues en légère compression, de sorte que l'étanchéité au niveau des extrémités amont et aval 53 et 55 de l'organe de filtration 37 est maintenue. On notera d'ailleurs qu'à cette compression mécanique se rajoute à la température du fluide cryogénique la compression différentielle entre l'acier inoxydable et la céramique).

Le liquide cryogénique pénètre ensuite dans les canaux 51 de l'organe de filtration 37 et traverse la paroi poreuse 57 suivant une direction transversale par rapport à l'axe de circulation Y-Y'. Lors de ce passage, l'ensemble des impuretés et/ou des microorganismes de taille supérieure ou égale à 0,22 µm sont retenus dans les canaux 51.

L'azote liquide purifié est ensuite recueilli dans la portion aval 23 jusqu'à la sortie 19 de cette portion 23 où il est délivré à l'utilisateur. Cet azote est stérile.

A titre d'exemple, pour obtenir un débit d'azote stérile de l'ordre de 2 à 3 tonnes par heure, la portion amont 21 et la portion aval 23 de la conduite 13 possèdent un diamètre intérieur de 33,7 mm DN25, pour une pression nominale de 7 bars absolus. L'organe de filtration 37 possède une longueur comprise entre 600 et 1000 mm et une surface de filtration comprise entre 0,15 et 0,25 m<sup>2</sup>.

Dans le cas du dioxyde de carbone liquide, le diamètre intérieur de la conduite 13 est de 21,3 mm DN15, pour une pression nominale de 40 bars absolus.

Une seconde installation 101 selon l'invention est représentée sur la Figure 3. A la différence de la première installation 11, l'angle formé par l'axe de circulation Y-Y' et l'axe de la conduite X-X' est égal à 90°, de sorte que l'axe Y-Y' est vertical. Cet angle permet de limiter voire d'exclure la condensation d'eau sur l'organe d'isolation 39.

Par ailleurs, la portion aval 23 débouche en regard d'une zone 59 de la paroi de filtration qui est voisine de l'extrémité supérieure 55 de l'organe de filtration 37. Cette disposition permet de remplir sensiblement totalement l'organe de filtration 37 et l'espace annulaire qui l'entoure avec du liquide cryogénique, avant que ce liquide ne soit délivré à la sortie 19 de la portion aval 23.

Grâce à l'invention qui vient d'être décrite, il est possible de disposer d'une installation particulièrement simple et peu coûteuse pour la production d'un liquide cryogénique stérile.

Cette installation permet d'atteindre un débit de production supérieur à 1 t/h.

Par ailleurs, les opérations de stérilisation et de maintenance d'une telle installation sont particulièrement simplifiées par la structure de l'élément de filtration.

Mais il faut surtout souligner que l'avantage majeur d'une telle installation est qu'elle peut être facilement installée « en ligne » sur une conduite existante de fourniture de liquide cryogénique, sans nécessité d'une quelconque immersion dans un bain de liquide cryogénique.



### REVENDEICATIONS

1. Installation (11) de purification d'un liquide cryogénique, du type comprenant :

- une conduite (13) de circulation du liquide, comportant une portion amont (21) et une portion aval (23);
- un organe (37) de filtration, interposé entre la portion amont (21) et la portion aval (23), dans lequel est ménagé au moins un canal (51) s'étendant le long d'un axe (Y-Y') de circulation entre une extrémité ouverte (53) et une extrémité obturée (55); ledit canal étant délimité, au moins partiellement, par une paroi poreuse (57),

caractérisée par la mise en œuvre des mesures suivantes :

- la conduite (13) comporte une double enveloppe d'isolation thermique (14) sous vide, contenant dans son inter-paroi un matériau d'isolation, qui délimite un espace de circulation dans une partie duquel est fixé l'organe de filtration (37); une première desdites portions (21) débouchant dans l'extrémité ouverte (53) dudit canal (51) avec interposition de premiers moyens d'étanchéité (73), l'autre desdites portions (23) débouchant en regard d'au moins une zone (59) de la paroi poreuse (57) ;
- la conduite (13) comprend un embranchement (35) s'étendant parallèlement audit axe de circulation (Y-Y') entre ladite première portion (21) et une extrémité libre (49); ledit embranchement (35) contenant au moins une partie de l'organe de filtration (37) et un organe d'isolation thermique (39), monté en appui, d'une part, sur l'extrémité obturée (55) de l'organe de filtration (37) et, d'autre part, sur l'extrémité libre (49) dudit embranchement (35) ;
- des moyens d'étanchéité aval (75) sont disposés entre l'organe de filtration (37) et l'organe d'isolation (39); ces moyens d'étanchéité aval (75) étant maintenus en compression par l'organe de filtration (37) et l'organe d'isolation (39) à la température du liquide cryogénique destiné à être purifié.

2. Installation selon la revendication 1, caractérisée en ce que lesdits premiers moyens d'étanchéité (73) sont maintenus en compression par l'organe de filtration (37) et ladite première portion (21) à la température du liquide cryogénique destiné à être purifié.

3. Installation selon la revendication 1 ou 2, caractérisée en ce que la partie (58) de la première portion (21) adjacente à ladite extrémité ouverte (53) s'étend suivant l'axe de circulation (Y-Y').

4. Installation selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce que ladite première portion est constituée par ladite portion amont (21), l'angle formé par l'axe général (X-X') de cette portion amont (21) et l'axe de circulation (Y-Y') étant compris entre environ 10° et environ 30°.

5. Installation selon la revendication 4, caractérisée en ce que ledit angle est sensiblement égal à 15°.

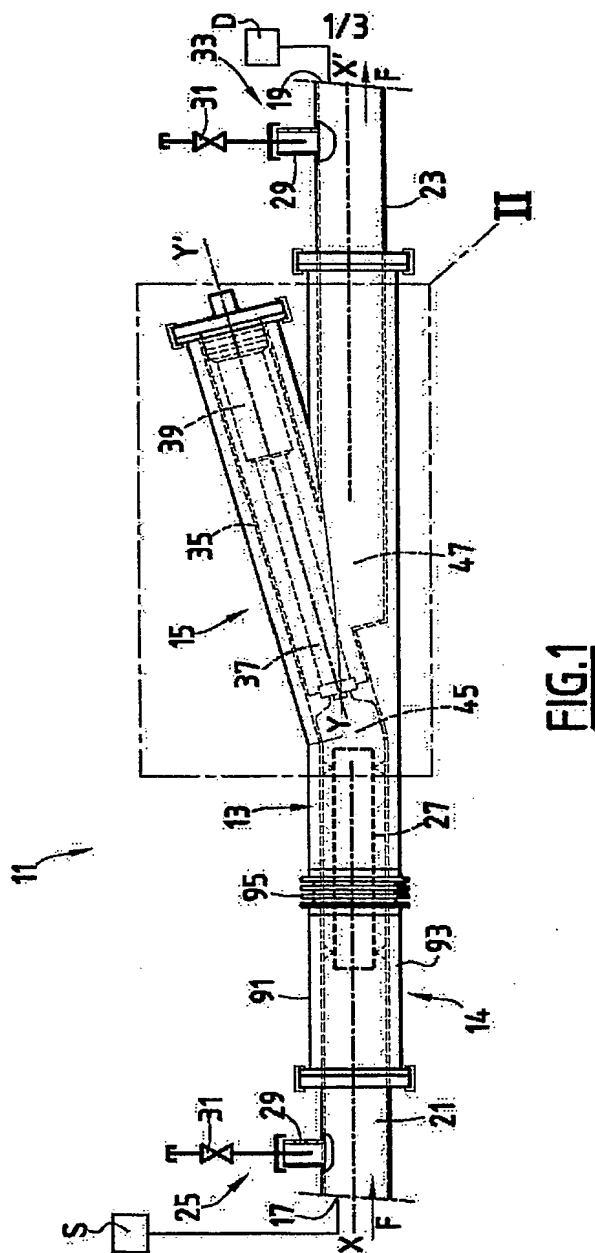
6. Installation (101) selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisée en ce que l'axe de circulation (Y-Y') est sensiblement vertical et en ce que ladite portion aval (23) débouche en regard d'une zone (59) de la paroi (57) poreuse voisine de l'extrémité obturée (55) dudit organe de filtration (37), qui est l'extrémité supérieure de cet organe (37).

7. Installation selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce qu'un organe de pré-filtration (27) de porosité supérieure ou égale à 100  $\mu\text{m}$  est disposé dans la portion amont (21) de la conduite (13).

8. Installation selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce que ladite paroi poreuse possède une porosité inférieure ou égale à 0,20  $\mu\text{m}$ .

9. Procédé de purification d'un liquide cryogénique, caractérisé en ce qu'il est mis en oeuvre dans une installation (11, 101) selon l'une quelconque des revendications précédentes.

---



**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

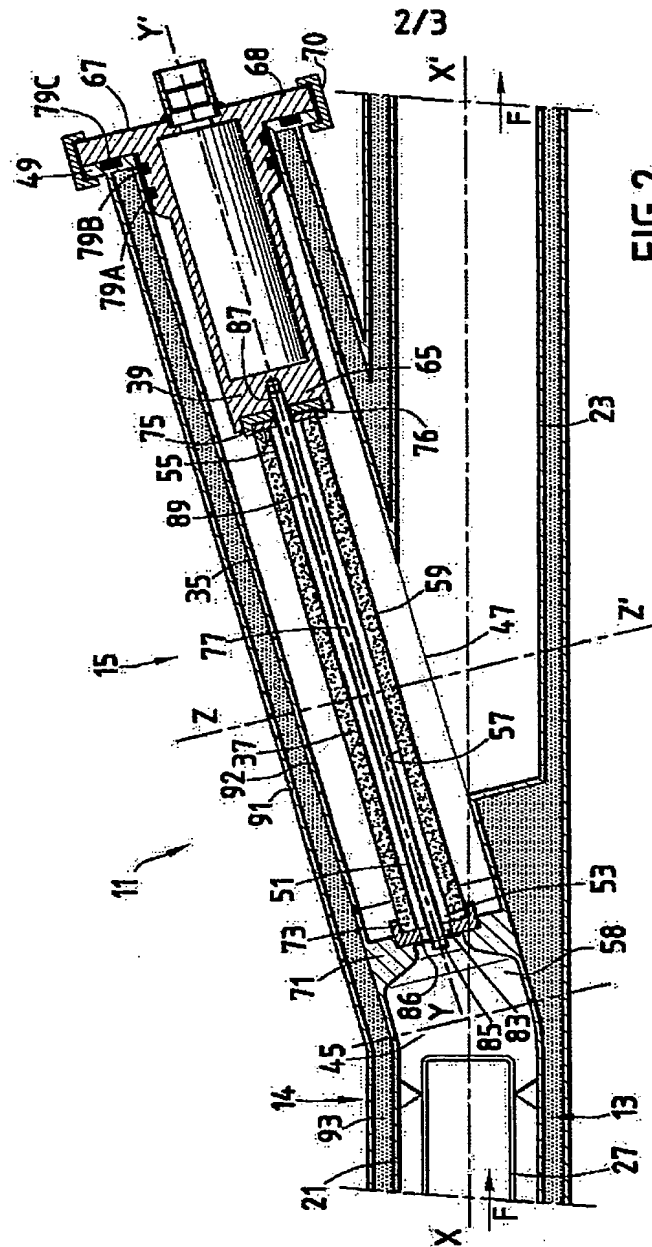
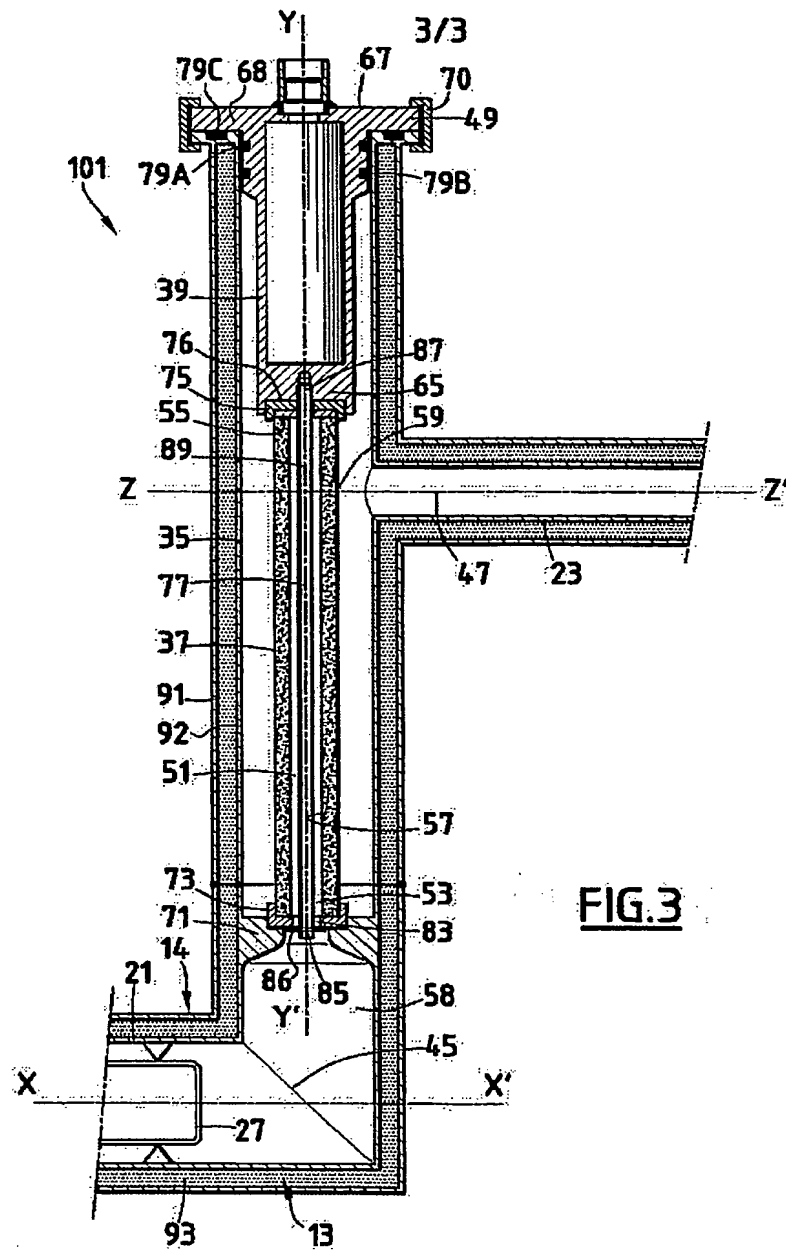


FIG. 2

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**







## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/FR2004/050504

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

IPC 7 B01D29/35 B01D35/02

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 7 B01D F25B

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal, PAJ, WPI Data

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	DATABASE WPI Section Ch, Week 197520 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class J01, AN 1975-33692W XP002320248 & SU 435 421 A (KULIKOV YU F) 3 December 1974 (1974-12-03) abstract; figures 1-3	1-9
Y	FR 2 774 006 A (AIR LIQUIDE) 30 July 1999 (1999-07-30) abstract; figures 1,2 page 5, line 20 - page 7, line 38	1-9
Y	US 5 533 341 A (SCHVESTER PASCAL ET AL) 9 July 1996 (1996-07-09) abstract; figure 3 column 6, lines 22-48	1-9

-/--

☒ Further documents are listed in the continuation of box C.☒ Patent family members are listed in annex.

## \* Special categories of cited documents :

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier document but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.

"&amp;" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

7 March 2005

Date of mailing of the international search report

18/03/2005

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Degen, M

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/FR2004/050504

## C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	FR 2 757 421 A (AIR LIQUIDE) 26 June 1998 (1998-06-26) page 6, lines 16-24; figure 2 page 12, lines 22-28 -----	1-9
Y	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 1999, no. 09, 30 July 1999 (1999-07-30) & JP 11 090126 A (TLV CO LTD), 6 April 1999 (1999-04-06) abstract -----	1-9
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 1999, no. 13, 30 November 1999 (1999-11-30) & JP 11 210984 A (DIA CHEMICAL KK), 6 August 1999 (1999-08-06) abstract -----	1-9

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/FR2004/050504

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
SU 435421	A	05-07-1974	SU 435421 A1	05-07-1974
FR 2774006	A	30-07-1999	FR 2774006 A1	30-07-1999
			AU 748106 B2	30-05-2002
			AU 1134999 A	12-08-1999
			BR 9900130 A	04-01-2000
			CA 2259868 A1	23-07-1999
			EP 0932007 A1	28-07-1999
			US 6119480 A	19-09-2000
US 5533341	A	09-07-1996	NONE	
FR 2757421	A	26-06-1998	FR 2757421 A1	26-06-1998
			AU 5564498 A	17-07-1998
			CA 2275962 A1	02-07-1998
			DE 69705241 D1	19-07-2001
			DE 69705241 T2	02-05-2002
			EP 0948458 A1	13-10-1999
			WO 9828226 A1	02-07-1998
			JP 2001506960 T	29-05-2001
			US 5937672 A	17-08-1999
			US 5857356 A	12-01-1999
			US 5836172 A	17-11-1998
			US 5913893 A	22-06-1999
JP 11090126	A	06-04-1999	NONE	
JP 11210984	A	06-08-1999	NONE	

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

## RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande Internationale No

PCT/FR2004/050504

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE  
CIB 7 B01D29/35 B01D35/02

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

## B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement)

CIB 7 B01D F25B

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si réalisable, termes de recherche utilisés)

EPO-Internal, PAJ, WPI Data

## C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie *	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
X	DATABASE WPI Section Ch, Week 197520 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class J01, AN 1975-33692W XP002320248 & SU 435 421 A (KULIKOV YU F) 3 décembre 1974 (1974-12-03) abrégé; figures 1-3	1-9
Y	FR 2 774 006 A (AIR LIQUIDE) 30 juillet 1999 (1999-07-30) abrégé; figures 1,2 page 5, ligne 20 - page 7, ligne 38	1-9
Y	US 5 533 341 A (SCHVESTER PASCAL ET AL) 9 juillet 1996 (1996-07-09) abrégé; figure 3 colonne 6, ligne 22-48	1-9

-/---



Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents



Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe

\* Catégories spéciales de documents cités:

"A" document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent

"E" document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date

"L" document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)

"O" document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens

"P" document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée

"T" document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention

"X" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément

"Y" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier

"&" document qui fait partie de la même famille de brevets

Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée

7 mars 2005

Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale

18/03/2005

Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale

Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  
Fax: (+31-70) 340-3016

Fonctionnaire autorisé

Degen, M

## RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande Internationale No

PCT/FR2004/050504

C.(suite) DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		
Catégorie *	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
Y	FR 2 757 421 A (AIR LIQUIDE) 26 juin 1998 (1998-06-26) page 6, ligne 16-24; figure 2 page 12, ligne 22-28 -----	1-9
Y	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 1999, no. 09, 30 juillet 1999 (1999-07-30) & JP 11 090126 A (TLV CO LTD), 6 avril 1999 (1999-04-06) abrégé -----	1-9
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 1999, no. 13, 30 novembre 1999 (1999-11-30) & JP 11 210984 A (DIA CHEMICAL KK), 6 août 1999 (1999-08-06) abrégé -----	1-9

# RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Demande Internationale No

PCT/FR2004/050504

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
SU 435421	A	05-07-1974	SU 435421 A1	05-07-1974
FR 2774006	A	30-07-1999	FR 2774006 A1	30-07-1999
			AU 748106 B2	30-05-2002
			AU 1134999 A	12-08-1999
			BR 9900130 A	04-01-2000
			CA 2259868 A1	23-07-1999
			EP 0932007 A1	28-07-1999
			US 6119480 A	19-09-2000
US 5533341	A	09-07-1996	AUCUN	
FR 2757421	A	26-06-1998	FR 2757421 A1	26-06-1998
			AU 5564498 A	17-07-1998
			CA 2275962 A1	02-07-1998
			DE 69705241 D1	19-07-2001
			DE 69705241 T2	02-05-2002
			EP 0948458 A1	13-10-1999
			WO 9828226 A1	02-07-1998
			JP 2001506960 T	29-05-2001
			US 5937672 A	17-08-1999
			US 5857356 A	12-01-1999
			US 5836172 A	17-11-1998
			US 5913893 A	22-06-1999
JP 11090126	A	06-04-1999	AUCUN	
JP 11210984	A	06-08-1999	AUCUN	

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**